

**ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА В АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ НА СТРУКТУРНО-
ФАЗОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОМПОЗИЦИОННЫХ СЛОЕВ, СФОРМИРОВАННЫХ
ПРИ ИОННО-ПЛАЗМЕННОМ ВОЗДЕЙСТВИИ**

В.А. Москвина¹, Е.А. Загибалова²

Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. Е.Г. Астафурова¹

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: valya_moskvina@mail.ru

**THE EFFECT OF GRAIN ON STRUCTURAL AND PHASE CHARACTERISTICS
OF COMPOSITION LAYERS PRODUCED BY ION-PLASMA TREATMENT
IN AUSTENITIC STAINLESS STEEL**

V.A. Moskvina¹, E.A. Zagibalova²

Scientific Supervisor: assistant professor, Dr. E.G. Astafurova¹

¹Institute of Strength Physics and Materials Science, Russia, Tomsk, Akademicheskyy pr. 2/4, 634055

²Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: valya_moskvina@mail.ru

Abstract. *In this work, the effect of grain size refinement in austenitic stainless steel on the structure, phase composition, and thickness of composition layers formed by ion-plasma surface treatment at temperature of 540°C for 12 hours in a mixture of Ar+N₂+C₂H₂ gases was investigated.*

Введение. Ионно-плазменная обработка (ИПО) поверхности имеет значительный потенциал для практического использования в качестве финишной технологической обработки Fe-Cr-Ni сплавов с ГЦК-структурой (аустенитные нержавеющие стали 300-ой серии, АНС). Ионно-плазменная модификация поверхности АНС приводит к формированию упрочненного слоя, что в свою очередь способствует повышению поверхностной твердости и износостойкости стали без потери коррозионной стойкости. Структура и свойства получаемых в процессе ИПО упрочненных слоев существенным образом зависят от параметров обработки, таких как температура, длительность, давление, состав насыщающих газов и т.д. Ионно-плазменная обработка АНС в интервале температур 350–450°C приводит к образованию пересыщенного твердого раствора азота и/или углерода в ГЦК-решетке аустенита ($\gamma_{N,C}$ или S-фаза). S-фаза является метастабильной и представляет собой ГЦК-структуру с твердым раствором и сильно искаженной кристаллической решеткой, в которой азот и/или углерод находится в межузельных положениях. Повышение температуры ИПО >450 °C приводит к распаду метастабильной пересыщенной $\gamma_{N,C}$ -фазы с выделением фаз γ' -Fe₄(N,C), α -Fe и Cr(N,C), а также ϵ -Fe₂₋₃(N,C) в зависимости от температуры обработки. На структурно-фазовые превращения, происходящие при ИПО, немаловажное влияние может оказывать исходное состояние и микроструктурные характеристики сплава (размер зерна, плотность границ зерен, плотность дефектов, фазовый состав и т. д.). Таким образом, представляет

интерес изучение влияния размера зерна (плотности межзеренных границ) в аустенитной нержавеющей стали на структурно-фазовые характеристики композиционных слоев, сформированных при ИПО.

Материалы и методы исследования. Объектом исследования была выбрана стабильная АНС Fe-17Cr-13Ni-2,7Mo-1,7Mn-0,6Si-0,01C, мас. %. С целью формирования разного размера зерна три партии исходных гомогенизированных заготовок АНС термомеханически обрабатывали по разным схемам, включающим прокатку при комнатной температуре до степени обжатия $\varepsilon=40-80$ % и последующие отжиги в интервале температур 900–1050°C с охлаждением в воду. После термомеханических обработок (ТМО) из каждой партии заготовок вырезали образцы для микроструктурных исследований. Далее часть образцов была подвергнута ИПО (ЭЛУ-5) в смеси газов Ar (70 %)+N₂ (25 %)+C₂H₂ (5 %), при давлении 300 Па и температуре 540 °C в течение 12 ч. Для определения размера зерна в образцах после ТМО использовали карты зеренной структуры (без учета двойниковых границ), полученные методом дифракции обратнорассеянных электронов (ДОЭ, Quanta 200 3D). Толщину и морфологию упрочненного слоя оценивали по изображениям, полученным методом световой (оптической) микроскопии (ОМ, Altamі MET 1C) с поверхностей протравленных металлографических шлифов в поперечном сечении образцов. Рентгеновские исследования выполняли на дифрактометре ДРОН-7 в CoK- α излучении.

Экспериментальные результаты. ТМО стальных образцов приводит к формированию аустенитной структуры, средний размер зерна которой увеличивался по мере роста продолжительности и температуры пост-деформационного отжига. Прокатка и отжиги способствовали формированию аустенитной мелкокристаллической структуры со средним размером зерна $d=3,7\pm2,4$ мкм (МС-1) и $d=5,9\pm3,9$ мкм (МС-2) и крупнокристаллической структуры с $d=54,7\pm31,2$ мкм (КС-3). Анализ ДОЭ-карт структуры МС-1 и МС-2, КС-3 образцов свидетельствовал о том, что подавляющее большинство зерен в структуре имеют большеугловые разориентировки (рис. 1). Доля большеугловых разориентировок в образцах велика 0,90–0,96, из них доля двойниковых границ составляет 0,34–0,39 в МС-образцах (рис. 1 а, б) и 0,43 в КС-образцах (рис. 1 в). На рентгенограммах после ТМО наблюдали отражения, соответствующие только аустенитной фазе. Параметр решетки аустенита в образцах, независимо от предшествующей ТМО, составил $3,597\pm0,001$ Å.

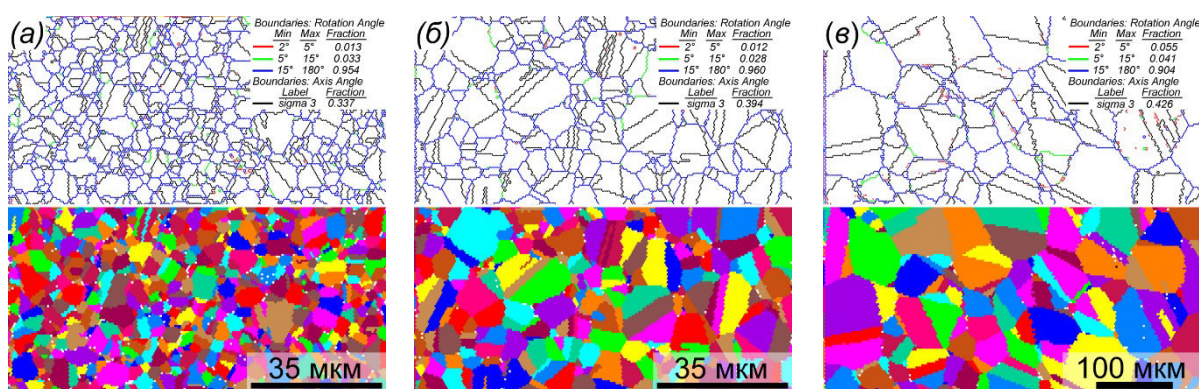


Рис. 1. ДОЭ-карты зеренной структуры, совмещенные с соответствующими картами границ зерен в МС-1 (а), МС-2 (б), КС-3 (в) образцах АНС

ИПО приводит к образованию поверхностных композиционных слоев независимо от размера зерна в стальных образцах. Анализ результатов ОМ выявил двухслойную микроструктуру, состоящую из

внешнего и внутреннего слоя в ИПО-образцах с разным размером зерна. Во внешнем слое МС-1 и МС-2 образцов наблюдали повышенную травимость по границам зерен. По-видимому, это происходит из-за присутствия нитридов и карбонитридов вдоль границ, а внутри протравленных зерен отчетливо виден рисунок травления, морфологически схожий со следами деформации в аустенитных зернах. Внешний слой в КС-3 образцах, обладает более слабой травимостью границ зерен, но внутри зерен также видны следы травления, которые простираются через аустенитные зерна от внешней до внутренней границы этого слоя. Внутренний слой, соответствующий, как правильно, диффузионной зоне, однородный независимо от размера зерна в ИПО-образцах. С увеличением размера зерна толщина композиционного слоя и диффузионной зоны увеличиваются. Толщина внешнего слоя составляет $\approx 12\text{--}16$ мкм для МС-1,2 образцов и $\approx 25\text{--}27$ мкм для КС-3 образцов. Ширина диффузионной зоны в крупнокристаллических образцах составляет ≈ 50 мкм и уменьшается до $\approx 30\text{--}35$ мкм в мелкокристаллических.

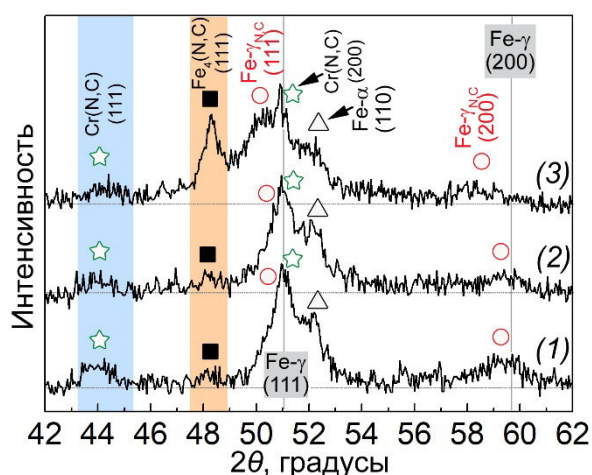


Рис. 2. Фрагменты рентгенограмм, полученных на образцах исследуемой АНС после ИПО:
(1)–МС-1, (2)–МС-2, (3)–КС-3

Несмотря на то, что поверхностные слои образцов с разным размером зерна имеют одинаковый набор фаз, содержание $\text{Cr}(\text{N,C})$ и $\text{Fe}_4(\text{N,C})$ в них различное. Учитывая тот факт, что границы зерен являются предпочтительными местами для зарождения вторичных фаз, в МС-1 образцах наблюдали наибольшую интегральную интенсивность отражений от $\text{Cr}(\text{N,C})$. По мере увеличения среднего размера зерна в МС-1→МС-2→КС-3 образцах интенсивность отражений от $\text{Cr}(\text{N,C})$ уменьшается, при этом возрастает интенсивность отражений от $\text{Fe}_4(\text{N,C})$ фазы, образование которой обычно происходит из пересыщенного азотом и/или углеродом аустенита при продолжительном нагреве или длительной выдержке при ИПО.

Заключение. При ИПО стали с разным размером зерен, в поверхностных слоях происходило образование пересыщенного азотом и углеродом аустенита и феррита, нитридных и карбонитридных фаз. Для образцов с крупнокристаллической структурой характерно сильное твердорастворное упрочнение аустенита и выделение преимущественно фазы $\text{Fe}_4(\text{N,C})$, в то время как в образцах с мелкокристаллическими структурами наряду с твердорастворным упрочнением аустенита более выражено зернограничное выделение фазы $\text{Cr}(\text{N,C})$.

Работа выполнена при поддержке стипендии Президента РФ (СП-14.2019.1).

Анализ рентгенограмм образцов, подвергнутых ИПО, свидетельствовал о фазовых превращениях, происходящих в поверхностном слое – образовании гетерофазного композиционного слоя, состоящего из легированного азотом и углеродом аустенита, небольшой доли феррита с твердорастворным упрочнением, нитридов и карбонитридов различного состава $\text{Cr}(\text{N,C})$, $\text{Fe}_4(\text{N,C})$ (рис. 2).

ИПО стали вызывает уменьшение интенсивности, уширение и смещение пиков легированного азотом и углеродом аустенита относительно положения исходных пиков. Последнее происходит из-за неоднородного изменения параметра решетки аустенитной фазы.